

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-201343

(43)Date of publication of application : 18.07.2003

(51)Int.Cl.

C08G 64/30

(21)Application number : 2002-002140

(71)Applicant : TEIJIN LTD

(22)Date of filing : 09.01.2002

(72)Inventor : MATSUOKA YUKI  
SHIMONARI MASASHI  
SAWAKI TORU  
SASAKI KATSUJI

## (54) METHOD FOR PRODUCING AROMATIC POLYCARBONATE

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for efficiently producing a polycarbonate of excellent quality by eliminating a difficulty in controlling a mole balance of starting materials used in melt polymerization.

SOLUTION: The method for producing an aromatic polycarbonate is one comprising blending and melting a carbonic diester and a pneumatically conveyed powdery aromatic dihydroxy compound under conditions in which the variation width is within at most  $\pm 0.005$  in the range in which the molar ratio of the aromatic dihydroxy compound to the carbonic diester is 1 to (1.00-1.10) and polycondensing the melt in the presence of a transesterification catalyst, wherein the aromatic dihydroxy compound used is one which is in the form of flakes or prills having an angle of repose of 35-50° and shows an increment in an angle of repose of at most 10° after the pneumatic conveying.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2003-201343  
(P2003-201343A)

(43) 公開日 平成15年7月18日 (2003.7.18)

(51) IntCl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

キーワード(参考)

C 0 8 G 64/30

C 0 8 G 64/30

4 J 0 2 9

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2002-2140(P2002-2140)

(22) 出願日 平成14年1月9日 (2002.1.9)

(71) 出願人 000003001

帝人株式会社

大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号

(72) 発明者 松岡 由記

山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式  
会社岩国研究センター内

(72) 発明者 下成 正志

山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式  
会社岩国研究センター内

(74) 代理人 100077263

弁理士 前田 純博

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 芳香族ポリカーボネートの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 熔融重合における原料モルバランス管理の困難さを解消し、品質の優れたポリカーボネートを効率良く得るための製造方法を提供することである。

【解決手段】 炭酸ジエステルとニューマチック輸送された粉体状の芳香族ジヒドロキシ化合物とを、炭酸ジエステルに対する芳香族ジヒドロキシ化合物のモル比を1対1.00～1.10の範囲で変動幅を±0.005以下に維持して混合溶解し、次いで、エステル交換触媒の存在下に熔融重合して芳香族ポリカーボネートを製造する方法において、フレーク又はプリルの形状を有する安息角35°～50°の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送した後の安息角の増加が10°以下である芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する芳香族ポリカーボネートの製造方法を提供する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭酸ジエステルとニューマチック輸送された粉体状の芳香族ジヒドロキシ化合物とを、炭酸ジエステルに対する芳香族ジヒドロキシ化合物のモル比を1対1、0.0～1、1.0の範囲で変動幅を±0.005以下に維持して混合溶解し、次いで、エステル交換触媒の存在下に溶融重合して芳香族ポリカーボネートを製造する方法において、フレーク又はブリルの形状を有する安息角35°～50°の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送した後の安息角の増加が10°以下である芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する事を特徴とする芳香族ポリカーボネートの製造方法。

【請求項2】 炭酸ジエステルとニューマチック輸送された粉体状の芳香族ジヒドロキシ化合物とを、炭酸ジエステルに対する芳香族ジヒドロキシ化合物のモル比を1対1、0.0～1、1.0の範囲で変動幅を±0.005以下に維持して混合溶解し、次いで、エステル交換触媒の存在下に溶融重合して芳香族ポリカーボネートを製造する方法において、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物としてニューマチック輸送した後の帯電量が100 kボルト以下の芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する事を特徴とする芳香族ポリカーボネートの製造方法。

【請求項3】 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送する配管内における、芳香族ジヒドロキシ化合物の速度をA (kg/hr)、輸送媒体である不活性気体の速度をB (kg/hr)とした場合、下式

$$(1) \quad 1.5 \leq A/B \leq 3 \quad (1)$$

の関係が成立する条件でニューマチック輸送した芳香族ジヒドロキシ化合物を使用することを特徴とする請求項1または2に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法。

【請求項4】 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の風速が、芳香族ジヒドロキシ化合物の混入部において10 m/S以上、40 m/S以下であることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法。

【請求項5】 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の露点、-1℃以下であることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法。

【請求項6】 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体中の酸素濃度を、3%以下とすることを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法。

【請求項7】 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の

0.5 μm以上の異物含有量が10000個/m<sup>3</sup>以下であることを特徴とする請求項1～6のいずれか1項に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はポリカーボネート樹脂の製造方法に関し、さらに詳しくは、良好な品質を有するポリカーボネートを溶融重合で安定且つ経済的に製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】芳香族ポリカーボネート樹脂は、耐衝撃性など機械的特性に優れ、しかも耐熱性、透明性などにも優れており、成形材料として広く用いられている。このような芳香族ポリカーボネート樹脂の製造方法としては、ビスフェノールなどの芳香族ジヒドロキシ化合物とホスゲンとを直接反応させる方法（界面法）、あるいはビスフェノールなどの芳香族ジヒドロキシ化合物とジフェニルカーボネートなどの炭酸ジエステルとをエステル交換反応（溶融法）させる方法が知られている。このような製造方法のうち、芳香族ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルとのエステル交換反応によってポリカーボネートを製造する方法は、有害なホスゲンやメチレンクロライドを使用しない為、環境に優しい方法であり、また、コスト的にも界面法を凌駕する可能性が指摘され注目されている。しかしながら溶融法で得られるポリカーボネートの品質は、その厳しい反応条件等により色相や分岐・ゲル等の面において界面法に及ばないと言う問題を有しており、その解決の為に様々な検討が為されてきた。その過程で溶融法に使用する2種類の原料である芳香族ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルのモルバランスを厳密に管理する事が一つの有効な方法である事が明らかにされた。しかし実際にモルバランスを厳密に管理する事は困難であり、この実現の為に多大な労力を必要としていた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】溶融法において厳密に原料のモルバランスを管理する事によって優れた品質のポリカーボネートを得る事が出来る原因は2種類の原料の末端基が関与したエステル交換反応によって重合が進行する為、両者の濃度が一致した場合重合速度が高まり、結果として厳しい重合条件にさらされる時間（熱履歴）が短くなる為と考えられる。末端基濃度は重合の進行と共に減少し、且つ、重合条件は重合の進行と共により厳しくなるのが一般である為、末端基が減少した状態において、なおも適正な末端のモルバランスを維持する事が重要であり、この為に厳密なモルバランスの管理が求められる。

【0004】特に近年、ポリカーボネートはDVD、MO、CD-Rなどの高密度、高精度が必要な光学製品に使用されてきており、この場合、ポリカーボネートの黄色

や分岐・ゲルは直接的に最終製品のブロックエラーレートなどの光学特性および引張り、曲げ、靱性などの機械特性に大きな影響を及ぼすため、この問題を避ける為に原料モルバランス管理の重要性は増大してきている。

【0005】一方、原料として使用する芳香族ジヒドロキシ化合物は融点が高く溶融状態における安定性が乏しいものが多い為、粉体によるハンドリングが好ましく使用されるが、粉体の輸送、計量は液体のそれに比較して困難である。

【0006】これらがあいまって、溶融重合における原料モルバランス管理の困難さを増大させていると考えられる。従って、本発明の目的は、上記従来技術の問題点を改善し、品質の優れたポリカーボネートを効率的に得るための製造方法を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は以下のとおりである。

1. 炭酸ジエステルとニューマチック輸送された粉体状の芳香族ジヒドロキシ化合物とを、炭酸ジエステルに対する芳香族ジヒドロキシ化合物のモル比を1対1、0.0

0~1、10の範囲で変動幅を±0.005以下に維持して混合溶解し、次いで、エステル交換触媒の存在下に溶融重合して芳香族ポリカーボネートを製造する方法において、フレーク又はプリルの形状を有する安息角35°~50°の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送した後の安息角の増加が10°以下である芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する事を特徴とする芳香族ポリカーボネートの製造方法であり

2. 炭酸ジエステルとニューマチック輸送された粉体状の芳香族ジヒドロキシ化合物とを、炭酸ジエステルに対する芳香族ジヒドロキシ化合物のモル比を1対1、0.0

0~1、10の範囲で変動幅を±0.005以下に維持して混合溶解し、次いで、エステル交換触媒の存在下に溶融重合して芳香族ポリカーボネートを製造する方法において、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物としてニューマチック輸送した後の帯電量が100kボルト以下の芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する事を特徴とする芳香族ポリカーボネートの製造方法であり、

3. 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送する配管内における、芳香族ジヒドロキシ化合物の速度をA(kg/hr)、輸送媒体である不活性気体の速度をB(kg/hr)とした場合、下式(1)

1.5≦A/B≦3 (1)

の関係が成立する条件でニューマチック輸送した芳香族ジヒドロキシ化合物を使用することを特徴とする上記1~2に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法であり、

4. 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の風速が、芳香族ジヒドロキシ化合物の混入部において10m/s以

上、40m/s以下であることを特徴とする上記1~3に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法であり、

5. 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の露点を、-1℃以下とすることを特徴とする上記1~4に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法であり、

6. 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の中の酸素濃度を、3%以下とすることを特徴とする上記1~5に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法であり、

7. 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の0.5μm以上の異物含有量が10000個/m<sup>3</sup>以下であることを特徴とする上記1~6に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法である。

【0008】本発明で用いられる芳香族ジヒドロキシ化合物としては例えば、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)プロパン、4,4-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ヘプタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジクロロフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジプロモフェニル)プロパン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)オキサライド、ビス(3,5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル)オキサライド、p,p'-ジヒドロキシジフェニル、3,3'-ジクロロ-4,4'-ジヒドロキシジフェニル、ビス(ヒドロキシフェニル)スルホン、レゾルシンフォル、ハイドロキノン、1,4-ジヒドロキシ-2,5-ジクロロベンゼン、1,4-ジヒドロキシ-3-メチルベンゼン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルフィド、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホキシド等が挙げられるが、特に2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンが好ましい。

【0009】本発明に用いられる炭酸ジエステルとしては、例えばジフェニルカーボネート、ジトリールカーボネート、ビス(クロロフェニル)カーボネート、m-クレシルカーボネート、ジナフチルカーボネート、ビス(ジフェニル)カーボネート、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、ジブチルカーボネート、ジシクロヘキシルカーボネートなどが用いられる。これらのうち特にジフェニルカーボネートが好ましい。

【0010】本発明に用いられる触媒は特に限定されないが、塩基性窒素化合物とアルカリ金属化合物および/またはアルカリ土類金属化合物とよりなるエステル交換触媒を使用することができる。

【0011】本発明で使用されるアルカリ金属および/またはアルカリ土類金属化合物についても、得られる芳香族ポリカーボネートの色相を低下させるものでなければ特に制限はなく種々の公知のものを使用することが

できる。

【0012】触媒として用いられるアルカリ金属化合物としては、例えばアルカリ金属の水酸化物、炭酸水素化合物、炭酸塩、酢酸塩、硝酸塩、亜硝酸塩、亜硫酸塩、シアン酸塩、チオシアン酸塩、ステアリン酸塩、水素化ホウ素塩、安息香酸塩、リン酸水素化合物、ビスフェノール、フェノールの塩等が挙げられる。

【0013】具体例としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸水素リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸リチウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、酢酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸リチウム、亜硝酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、亜硝酸リチウム、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸リチウム、シアン酸ナトリウム、シアン酸カリウム、シアン酸リチウム、チオシアン酸ナトリウム、チオシアン酸カリウム、チオシアン酸リチウム、ステアリン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、ステアリン酸リチウム、水素化ホウ素ナトリウム、水素化ホウ素カリウム、水素化ホウ素リチウム、フェニル化ホウ酸ナトリウム、安息香酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸リチウム、リン酸水素ジナトリウム、リン酸水素ジカリウム、リン酸水素ジリチウム、ビスフェノールAのジナトリウム塩、ジカリウム塩、ジリチウム塩、フェノールのナトリウム塩、カリウム塩、リチウム塩などが挙げられる。

【0014】触媒として用いられるアルカリ土類金属化合物としては、例えばアルカリ土類金属の水酸化物、炭酸水素化合物、炭酸塩、酢酸塩、硝酸塩、亜硝酸塩、亜硫酸塩、シアン酸塩、チオシアン酸塩、ステアリン酸塩、安息香酸塩、ビスフェノール、フェノールの塩等が挙げられる。

【0015】具体例としては、水酸化カルシウム、水酸化バリウム、水酸化ストロンチウム、炭酸水素カルシウム、炭酸水素バリウム、炭酸水素ストロンチウム、炭酸カルシウム、炭酸バリウム、炭酸ストロンチウム、酢酸カルシウム、酢酸バリウム、酢酸ストロンチウム、硝酸カルシウム、硝酸バリウム、硝酸ストロンチウム、亜硝酸カルシウム、亜硝酸バリウム、亜硝酸ストロンチウム、亜硫酸カルシウム、亜硫酸バリウム、亜硫酸ストロンチウム、シアン酸カルシウム、シアン酸バリウム、シアン酸ストロンチウム、チオシアン酸カルシウム、チオシアン酸バリウム、チオシアン酸ストロンチウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸バリウム、ステアリン酸ストロンチウム、水素化ホウ素カルシウム、水素化ホウ素バリウム、水素化ホウ素ストロンチウム、安息香酸カルシウム、安息香酸バリウム、安息香酸ストロンチウム、ビスフェノールAのカルシウム塩、バリウム塩、ストロンチウム塩、フェノールのカルシウム塩、バリウム塩、ストロンチウム塩などが挙げられる。

【0016】本願発明においては所望により、触媒のアルカリ金属化合物として、(a) 周期律表第14族元素のアート錯体のアルカリ金属塩または(b) 周期律表第14族元素のオキソ酸のアルカリ金属塩を用いることができる。ここで周期律表第14族の元素とは、ケイ素、ゲルマニウム、スズのことをいう。

【0017】(a) 周期律表第14族元素のアート錯体のアルカリ金属塩としては、特開平7-268091号公報に記載のものをいうが、具体的には、ゲルマニウム(Ge)の化合物： $\text{NaGe}(\text{OMe})_3$ 、 $\text{NaGe}(\text{OEt})_3$ 、 $\text{NaGe}(\text{OPr})_3$ 、 $\text{NaGe}(\text{OBu})_3$ 、 $\text{NaGe}(\text{OPh})_3$ 、 $\text{LiGe}(\text{OMe})_3$ 、 $\text{LiGe}(\text{OBu})_3$ 、 $\text{LiGe}(\text{OPh})_3$ を挙げることができる。

【0018】スズ(Sn)の化合物としては、 $\text{NaSn}(\text{OMe})_3$ 、 $\text{NaSn}(\text{OEt})_3$ 、 $\text{NaSn}(\text{OPr})_3$ 、 $\text{NaSn}(\text{O}-n-\text{C}_4\text{H}_9)_3$ 、 $\text{NaSn}(\text{OMe})_2$ 、 $\text{NaSn}(\text{OEt})_2$ 、 $\text{NaSn}(\text{OBu})_2$ 、 $\text{NaSn}(\text{O}-n-\text{C}_4\text{H}_9)_2$ 、 $\text{NaSn}(\text{OEt})(\text{OPh})_2$ 、 $\text{NaSnBu}_2(\text{OMe})_2$ を挙げることができる。

【0019】また(b) 周期律表第14族元素のオキソ酸のアルカリ金属塩としては、例えばケイ酸(silicic acid)のアルカリ金属塩、スズ酸(stannic acid)のアルカリ金属塩、ゲルマニウム(II)酸(germanous acid)のアルカリ金属塩、ゲルマニウム(IV)酸(germanic acid)のアルカリ金属塩を好ましいものとして挙げることができる。

【0020】ケイ酸のアルカリ金属塩は、例えばモノケイ酸(monosilicic acid)またはその縮合体の酸性あるいは中性アルカリ金属塩であり、その例としては、オルトケイ酸モノナトリウム、オルトケイ酸ジナトリウム、オルトケイ酸トリナトリウム、オルトケイ酸テトラナトリウムを挙げることができる。

【0021】スズ酸のアルカリ金属塩は、例えばモノスズ酸(monostannic acid)またはその縮合体の酸性あるいは中性アルカリ金属塩であり、その例としてはモノスズ酸ジナトリウム塩( $\text{Na}_2\text{SnO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ,  $x=0\sim5$ )、モノスズ酸テトラナトリウム塩( $\text{Na}_4\text{SnO}_6$ )を挙げることができる。

【0022】ゲルマニウム(II)酸(germanous acid)のアルカリ金属塩は、例えばモノゲルマニウム酸またはその縮合体の酸性あるいは中性アルカリ金属塩であり、その例としてはゲルマニウム酸モノナトリウム塩( $\text{NaHGEO}_2$ )を挙げることができる。

【0023】ゲルマニウム(IV)酸(germanic acid)のアルカリ金属塩は、例えばモノゲルマニウム(IV)酸またはその縮合体の酸性あるいは中性アルカリ金属塩であり、その例としてはオルトゲルマニ

ウム酸モノリチウム塩 ( $\text{LiH}_2\text{GeO}_4$ )、オルトゲルマニウム酸ジナトリウム塩、オルトゲルマニウム酸テトラナトリウム塩、ジゲルマニウム酸ジナトリウム塩 ( $\text{Na}_2\text{Ge}_2\text{O}_7$ )、テトラゲルマニウム酸ジナトリウム塩 ( $\text{Na}_2\text{Ge}_4\text{O}_{13}$ )、ペンタゲルマニウム酸ジナトリウム塩 ( $\text{Na}_2\text{Ge}_5\text{O}_{18}$ ) を挙げることができる。

【0024】触媒としてのアルカリ金属化合物またはアルカリ土類金属化合物は、当該触媒中のアルカリ金属元素またはアルカリ土類金属元素が芳香族ジオール化合物 1 モル当り  $1 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-1}$  当量となる場合で好ましく使用される。より好ましい割合は同じ基準に対し  $5 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-1}$  当量となる割合である。

【0025】当該触媒中のアルカリ金属元素量またはアルカリ土類金属元素量が芳香族ジオール化合物 1 モル当り  $1 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-1}$  当量の範囲を逸脱すると、得られる芳香族ポリカーボネートの諸物性に悪影響を及ぼし、また、エステル交換反応が十分に進行せず高分子量の芳香族ポリカーボネートが得られない等の問題があり好ましくない。

【0026】また、触媒としての含窒素塩基性化合物としては、例えばテトラメチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Me}_4\text{NOH}$ )、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Et}_4\text{NOH}$ )、テトラブチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Bu}_4\text{NOH}$ )、ベンジルトリメチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2(\text{Me})_3\text{NOH}$ )、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシドなどのアルキル、アリール、アルキルアリール基などを有するアンモニウムヒドロキシド類、トリエチルアミン、トリブチルアミン、ジメチルベンジルアミン、ヘキサデシルジメチルアミンなどの 3 級アミン類、あるいはテトラメチルアンモニウムボロハイドライド ( $\text{Me}_4\text{NBH}_4$ )、テトラブチルアンモニウムボロハイドライド ( $\text{Bu}_4\text{NBH}_4$ )、テトラブチルアンモニウムテトラフェニルボレート ( $\text{Me}_4\text{NBPh}_4$ )、テトラブチルアンモニウムテトラフェニルボレート ( $\text{Bu}_4\text{NBPh}_4$ ) などの塩基性塩を挙げることができる。

【0027】上記含窒素塩基性化合物は、含窒素塩基性化合物中のアンモニウム窒素原子が芳香族ジオール化合物 1 モル当り  $1 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-1}$  当量となる割合で用いるのが好ましい。より好ましい割合は同じ基準に対し  $2 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-1}$  当量となる割合である。特に好ましい割合は同じ基準に対し  $5 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-1}$  当量となる割合である。

【0028】なお、本願明細書において、仕込み芳香族ジオール化合物（芳香族ジヒドロキシ化合物ともいう）に対するアルカリ金属化合物、アルカリ土類金属化合物、含窒素塩基性化合物の割合を、「芳香族ジヒドロキシ化合物 1 モルに対し金属または塩基性窒素として W（数値：当量の Z（化合物名）量）」として表現したが、これは、例えば、Z がナトリウムフェニキシドや 2、2

ービス（4-ヒドロキシフェニル）プロパンモノナトリウム塩のようにナトリウム原子が一つであり、またはトリエチルアミンのように塩基性窒素が一つであれば、Z の量が W モルに相当する量であることを意味し、2、2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）プロパンジナトリウム塩のように二つであれば、W/2 モルに相当する量であることを意味する。

【0029】本願発明の重縮合反応には、上記触媒と一緒に、必要により、周期律表第 14 族元素のオキソ酸および同元素の酸化物よりなる群から選ばれる少なくとも 1 種の助触媒を共存させることができる。

【0030】これら助触媒を特定の割合で用いることにより、末端の封鎖反応、重縮合反応速度を損なうことなく、重縮合反応中に生成し易い分岐反応や、成形加工時における装置内での異物の生成、やけどといった好ましくない副反応をより効果的に抑制することができる。

【0031】本発明において、芳香族ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルをエステル交換させる温度及び圧力は特に制限が無く、反応が開始し、且つ、反応で生成したモノヒドロキシ化合物が反応系外に速やかに除去される温度及び圧力であれば如何なる条件でも良いが、150℃～200℃の温度及び 300 Torr～1000 Torr の圧力で反応を開始した後、反応の進行に伴うポリカーボネートの分子量の増大に従って反応温度を高め、反応圧力を低下させ、最終的には 270～350℃の温度及び 1 Torr 以下の圧力で反応を実施する事が一般的である。

【0032】本発明を実施する設備形態は特に制限が無く、回分式でも連続式でも実施する事が出来る。回分式で実施する場合は、通常 2 基の反応器を直列に設置し、前者に精留塔を設置した攪拌槽を使用し、後者に精留塔を設置しない攪拌槽を使用し異なる条件で反応を実施する。この場合両者をバルブを備えた配管で接続し、外気に触れる事無く前者の反応物を後者に移送し、後者で所望の重合度まで反応を実施する事が好ましい。

【0033】連続式で実施する場合は通常 2 基以上の反応器を直列に設置し、隣接する反応器をバルブを備えた配管で接続し、必要に応じて反応液を移送する為のポンプを備えた設備を用い、各々の反応器を異なる条件に維持しつつ最初の反応器に原料と触媒を連続的に供給し、最後の反応器から所望の重合度のポリカーボネートを連続的に抜き出す事により実施される。

【0034】本発明において、使用する芳香族ジヒドロキシ化合物に対する炭酸ジエステルのモル比は 1、0～1、1 の範囲が好ましい。

【0035】本発明者らの検討によると、上記範囲から選択したモル比を精度良く維持する事が、良好な品質を有するポリカーボネートの製造の為に極めて重要である事が解った。即ち、本発明の目的を達成する為には、該モル比の変動幅を  $\pm 0.005$  以内に、好ましくは  $\pm 0.001$

0.003以内に維持することが必要である。

【0036】モル比設定精度を向上させる事によって、色相を初めとするポリマーの品質が向上する理由はさだかではないが、原料モル比が重合速度に大きな影響を及ぼす事から、モル比精度を高める事により過度な反応条件、例えば、重合反応時間を長くしたり、重合反応温度を高くしたり、重合触媒量を多くするといったポリマー品質を低下させるような条件を避けることが出来、品質の向上に繋がるものと考えられる。

【0037】本発明者らの検討によると、これらの目標を達成するためには通常使用される高精度な計量システムを用いるだけでは不十分である事が解った。即ち、融液の熱安定性に優れる炭酸ジエステルは多くの場合、液状で計量が実施され、例えば、高精度の流量計を用いた使用量の管理が用いられる。また、熱安定性に劣る芳香族ジヒドロキシ化合物の計量はニューマチック輸送した後、粉体の状態で実施される場合が多く、例えば、周囲から重量を絶縁された計量槽に粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物を受け入れ、これをスクリュウフィーダーなどを使用して払い出しつつその重量をロードセルなどで計量する事によって実施される。これらの計量システムはそれぞれでは誤差0.5%以内の充分な計量精度を有する事が知られているが、このような高精度な計量設備を使用しても上記の厳密なモルバランスを実現することは困難である。

【0038】即ち、ニューマチック輸送の過程では芳香族ジヒドロキシ化合物は配管壁面への衝突や、粉体相互のぶつかりで粉砕を繰り返しており、このため多くの微粉を含んでいる。これらの微粉は、計量システムにおいて計量された後、炭酸ジエステルとの混合溶解槽へ移送される配管の壁面に付着することで、計量した重量と実際に炭酸ジエステルとの混合溶解槽へ払い出された量との間に誤差を生じさせるのであり、更には、配管壁面に付着した芳香族ジヒドロキシ化合物の微粉は付着の度合いを増して行き、終局的には配管閉塞という生産システム全体に重篤な影響を及ぼすことにもなり得るのである。

【0039】なお、本願において芳香族ジヒドロキシ化合物の微粉とは、直径250 $\mu$ m以下の粒子を指す。

【0040】本発明の第1の芳香族ポリカーボネートの製造方法は、フレーク又はブリルの形状を有する安息角35°～50°の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送して得られた、ニューマチック輸送による安息角の増加が10°以下である粉体状の芳香族ジヒドロキシ化合物を使用することで表される。本発明の第1の対応ではニューマチック輸送による安息角の増加が0°以下であるものを使用することが更に好ましく規定される。

【0041】本願発明者らの検討によると、芳香族ジヒドロキシ化合物のニューマチック輸送後における粉体中

の微粉量は、芳香族ジヒドロキシ化合物のニューマチック輸送後における安息角の増加量が増すに連れて増加傾向を示すことが判明し、芳香族ジヒドロキシ化合物のニューマチック輸送後における安息角の増加量が11°以上のものを用いた場合は、本願提示の厳密なモルバランスを達成することは極めて困難となる。

【0042】なお、本願において芳香族ジヒドロキシ化合物の安息角とは、標準篩を振動させ、サンプルをロートを通じ、注入法によって測定したものである。

【0043】また、本発明の第2の芳香族ポリカーボネートの製造方法は、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送した後、帯電量が100kボルト以下の芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する事で規定される。この第2の対応においては、帯電量が30kボルト以下の芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する事が更に好ましく規定される。

【0044】即ち、ニューマチック輸送した芳香族ジヒドロキシ化合物が、一定以上の帯電を有する場合、芳香族ジヒドロキシ化合物の微粉が芳香族ジヒドロキシ化合物を計量システムから混合溶解槽へ移送する配管の壁面に直接あるいは既に付着した芳香族ジヒドロキシ化合物を介して静電付着する現象が見られ、これによって、同配管壁面への芳香族ジヒドロキシ化合物の付着が増幅されて、本願提示の厳密なモルバランスを達成することが更に困難となる。

【0045】本発明は、このような特徴を有する芳香族ジヒドロキシ化合物の粉体の製造方法に特に制限を受けるものではないが、次の条件で芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送する事により、上述の特徴を持つ芳香族ジヒドロキシ化合物を好ましく得ることが出来る。

【0046】本発明において、ニューマチック輸送を行う前の芳香族ジヒドロキシ化合物はフレーク又はブリルの形状を有し、その安息角が35°～50°のものが好ましい。このような芳香族ジヒドロキシ化合物を用いる事により、安定にニューマチック輸送を行う事が可能となる。

【0047】本発明において、上述の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送する際に、配管内における芳香族ジヒドロキシ化合物の速度をA(kg/hr)、輸送媒体である不活性気体の速度をB(kg/hr)とした場合、下式(1)

$$1.5 \geq A/B \geq 3 \quad (1)$$

の関係が成立する条件で、より好ましくは1.5 $\geq$ A/B $\geq$ 6の関係が成立する条件でニューマチック輸送を行うことが重要である。なお、本願においては、芳香族ジヒドロキシ化合物の速度A(kg/hr)を、輸送媒体である不活性気体の速度B(kg/hr)で除したものを、以下ニューマチック輸送における混合比と呼ぶ。

【0048】本願発明者らの検討において、芳香族ジヒ

ドロキシ化合物をニューマチック輸送する際に、ニューマチック輸送における混合比を除々に上げてゆくことニューマチック輸送後の芳香族ジヒドロキシ化合物中の微粉量が減少傾向を示し、安息角の増加が抑えられ、帯電量も減少する現象が判明したのである。

【0049】この原因は定かではないが、輸送媒体である不活性気体中の芳香族ジヒドロキシ化合物密度が高くなると、芳香族ジヒドロキシ化合物粉体の自由度が制限されるため、芳香族ジヒドロキシ化合物粉体間は静的な状態となり、粉体相互のふつかりによる粉砕が減少すること、ニューマチック輸送後の芳香族ジヒドロキシ化合物中の微粉量が減少し、安息角の増加が抑えられ、帯電量も減少するものと考えられる。

【0050】また、本発明において、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための媒体である不活性気体の輸送配管内の風速が、芳香族ジヒドロキシ化合物の混入部において10m/S以上、40m/S以下であることが極めて重要であり、さらに好ましくは10m/S以上、20m/S以下である。

【0051】即ち、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の配管内風速が遅くなると、同時に芳香族ジヒドロキシ化合物の移動速度も低下し、輸送配管曲部部の内部への衝突速度も低下することで、芳香族ジヒドロキシ化合物の粉砕度合いが低減され、その結果ニューマチック輸送後の芳香族ジヒドロキシ化合物中の微粉量が減少し、安息角の増加が抑えられ、帯電量も減少するものと考えられる。しかし、本発明の範囲を超えて不活性気体の配管内風速を遅くすると、芳香族ジヒドロキシ化合物の沈降が起り、輸送不良を生じる為に好ましくない。

【0052】本発明において、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の露点を、 $-1^{\circ}\text{C}$ 以下とすることが重要であり、さらに好ましくは $-30^{\circ}\text{C}$ 以下とすることである。

【0053】ニューマチック輸送された芳香族ジヒドロキシ化合物が計量システムにおいて計量された後、炭酸ジエステルとの混合溶解槽へ移送される際に、該移送配管の壁面に芳香族ジヒドロキシ化合物の微粉が付着する原因には、静電付着の他に粘性による付着が考えられる。

【0054】本願発明者らの検討によると、水分を帯びた芳香族ジヒドロキシ化合物の微粉は粘性を持つ事が明らかになっており、この知見に基づき、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の露点を下げることで、微粉の粘性を取り除くことに成功したのである。

【0055】本発明において、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体中の酸素濃度を、3%以下とすることが

重要であり、さらに好ましくは1%以下にすることが重要である。

【0056】芳香族ジヒドロキシ化合物を取り扱う場合、通常その輸送雰囲気は、粉塵爆発の防止のために不活性気体中の酸素濃度を5%以下に行われている。

【0057】しかしながら、不活性気体中の酸素濃度を、5%以下に保って取り扱った場合においても、ポリマーの色相が悪化すると言う問題が生じ、鋭意研究の結果、不活性気体中の酸素濃度を更に低下させることで、ポリマーの色相を良好させることに成功したのである。

【0058】この理由は定かではないが、不活性気体中に残存する酸素によって芳香族ジヒドロキシ化合物が酸化、変色し、このためポリマーの色相を悪化させているものと考えられる。

【0059】また、本発明において、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の0.5 $\mu\text{m}$ 以上の異物含有量が10000個/ $\text{m}^3$ 以下であることが重要であり、さらに好ましくは、0.5 $\mu\text{m}$ 以上の異物含有量が5000個/ $\text{m}^3$ 以下にする事が重要である。従来、このような微細な異物は溶解した原料や重合して得られた反応物中に存在する事が解っていたが、大量の融液を0.5 $\mu\text{m}$ 以下の目開きを有する精密なフィルターで濾過する事は圧力損失の観点などで困難であり、特別な対策は行われていないのが現状であった。

【0060】しかし、本発明者らは、ニューマチック輸送に使用する不活性気体を0.5 $\mu\text{m}$ 以下の目開きを有する精密なフィルターで濾過し、0.5 $\mu\text{m}$ 以上の異物含有量を減少させ、このような不活性気体を使用してニューマチック輸送した芳香族ジヒドロキシ化合物を使用することにより、溶解した原料や重合して得られた反応物中に存在する0.5 $\mu\text{m}$ 以上の微細な異物が大幅に減少することを見出した。

【0061】この原因は定かではないが、ニューマチック輸送において芳香族ジヒドロキシ化合物は不活性ガスに均一に分散した状態になり、輸送過程での帯電などと相まって、不活性ガスに含まれる微小異物が芳香族ジヒドロキシ化合物に吸着されやすくなる。その結果、輸送された芳香族ジヒドロキシ化合物を溶解した原料や重合して得られた反応物中に存在する0.5 $\mu\text{m}$ 以上の微細な異物の量に大きな影響を及ぼすものと考えられる。

【0062】本発明においては上記方法で得られたポリカーボネートをベント式2軸ルーダーを用いて、融媒失活剤の添加処理及び脱揮処理を行う事が出来る。この際に、ポリカーボネートを重合機から直接溶融状態でルーダーに供給しても良く、一旦冷却・ペレット化してルーダーに供給しても良い。

【0063】本発明に使用する失活剤としては、公知の



失活剤が有効に使用されるが、この中でもスルホン酸のアンモニウム塩、ホスホニウム塩が好ましく、更にドデシルベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩等のドデシルベンゼンスルホン酸の上記塩類やパラトルエンスルホン酸テトラブチルアンモニウム塩等のパラトルエンスルホン酸の上記塩類が好ましい。またスルホン酸のエステルとしてベンゼンスルホン酸メチル、ベンゼンスルホン酸エチル、ベンゼンスルホン酸ブチル、ベンゼンスルホン酸オクチル、ベンゼンスルホン酸フェニル、パラトルエンスルホン酸メチル、パラトルエンスルホン酸エチル、パラトルエンスルホン酸ブチル、パラトルエンスルホン酸オクチル、パラトルエンスルホン酸フェニル等が好ましく用いられ、試中、ドデシルベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩が最も好ましく使用される。

【0064】これらの失活剤の使用量はアルカリ金属化合物及び／又はアルカリ土類金属化合物より選ばれた前記重合触媒1モル当たり0.5～50モルの割合で、好ましくは0.5～10モルの割合で、更に好ましくは0.8～5モルの割合で使用できる。

【0065】これらの失活剤は直接、または適当な溶剤に溶解又は分散させて溶融状態のポリカーボネートに添加、混練する。

【0066】また本願発明においては、本願発明の目的を損なわない範囲でポリカーボネートにその他の添加剤を添加することができる。

【0067】このような添加剤としては、例えば、加工安定剤、耐熱安定剤、酸化防止剤、光安定剤、紫外線吸収剤、金属不活性化剤、金属石鹸類、造粒剤、帯電防止剤、スリッパ剤、アンチブロッキング剤、滑剤、難燃剤、離型剤、防敵剤、着色剤、防曇剤、天然油、合成油、ワックス、有機系充填剤、無機系充填剤、エポキシ化合物をあげることができる。

【0068】これらの内でも耐熱安定剤、紫外線吸収剤、離型剤、着色剤等が特に一般的に使用され、これらは2種以上組み合わせて使用することができる。

【0069】本願発明に用いられる加工安定剤、耐熱安定剤、酸化防止剤等の目的のためには、例えば、燐化合物、フェノール系安定剤、有機チオエーテル系安定剤、ヒンダードアミン系安定剤等を挙げることができる。

【0070】光安定剤、紫外線吸収剤等としては、一般的な紫外線吸収剤が用いられ、例えば、サリチル酸系紫外線吸収剤、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤、シアノアクリレート系紫外線吸収剤等を挙げることができる。

【0071】離型剤としては一般的に加れた離型剤を用いることができ、例えば、パラフィン類などの炭化水素系離型剤、ステアリン酸等の脂肪酸系離型剤、ステアリン酸アミド等の脂肪族アミド系離型剤、ステアリルアルコール、ペンタエリスリトール等のアルコール系離型

剤、グリセリンモノステアレート等の脂肪酸エステル系離型剤、シリコーンオイル等のシリコーン系離型剤等を挙げることができる。

【0072】着色剤としては有機系や無機系の顔料や染料を使用することができる。

【0073】金属不活性化剤としては、例えばN、N'-〔3-〔3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル〕プロピオン〕ヒドラジン等が、金属石鹸類としては例えばステアリン酸カルシウム、ステアリン酸ニッケル等が挙げられる。

【0074】帯電防止剤としては、例えば(β-ラウリルミドプロピル)トリメチルアンモニウムメチルスルフェート等の第4級アンモニウム塩系、アルキルホスフェート系化合物が挙げられる。

【0075】造粒剤としては、例えばジ(4-tert-ブチルフェニル)ホスホン酸ナトリウム、ジベンゾリデンソルビトール、メチレンビス(2,4-ジ-tert-ブチルフェノール)アシッドホスフェートナトリウム塩等のソルビトール系、リン酸塩系化合物が挙げられる。

【0076】滑剤としては、例えばエルカ酸アミド、ステアリン酸モノグリセリド等が、難燃剤としては、例えばトリス(2-クロロエチル)ホスフェートなどの含ハロゲンリン酸エステル類、ヘキサブロンクロドデカン、デカブロンフェニルオキサイドなどのハロゲン化合物、三酸化アンチモン、五酸化アンチモン、水酸化アルミニウムなどの金属無機化合物類、これらの混合物等が挙げられる。

【0077】これらの添加剤は、直接に、または適当な溶剤またはポリマーに溶解または分散させて、あるいはマスターベレットとして、溶融状態のポリカーボネートに添加、混練する。このような操作を実施するのに用いられる設備に特に制限は無いが、例えば2軸押出機等が好ましく、添加剤を溶液の形で供給する場合はプランジャーポンプ等の定量ポンプが用いられ、添加剤をマスターポリマーの形で供給する場合はサイドフィーダー等が一般に使用される。添加剤を溶剤に溶解または分散させた場合はベント付きの2軸押出機が特に好ましく使用される。

【0078】

【実施例】以下実施例によって説明する。なお実施例中の%及び部は特に断らない限り重量%または重量部である。なお以下の実施例において得られたポリカーボネートの物性は以下のようにして測定した。

(色相) 日本電色工業(株)製のColor and Color Difference Meter ND-1001DPを用いてColor bを測定した。

(末端基構造) NMR測定法にて全末端基に対するOH末端基の割合(%)を求めた。

(固有粘度及び粘度平均分子重) 0.7g/dlの塩化メチレン溶液をウベローデ粘度計を用い固有粘度を測定

し、次式により粘度平均分子量を求めた。

$$[\eta] = 1.23 \times 10^{-4} M^{0.72}$$

(0.5  $\mu\text{m}$ 以上の異物含有量) ペレット40gを塩化メチレン2Lに溶解し、光散乱、遮断法にて異物量をカウントした。結果は個/gに換算した。

【0079】〔実施例1〕次のような反応設備を使用して、芳香族ポリカーボネートの熔融重縮合を実施した。

〔芳香族ジヒドロキシ化合物の輸送〕 SUS304製でロータリーバルブを備え、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をトンバッグから受入れる第1ホッパー。該ホッパー中の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するためのブローを備えた配管と、ニューマチック輸送された芳香族ジヒドロキシ化合物を受入れる第2ホッパーからなる芳香族ジヒドロキシ化合物の輸送・貯蔵設備を用いた。

【0080】ニューマチック輸送における芳香族ジヒドロキシ化合物と不活性気体の混合比は1:2であり、不活性気体の風速は、芳香族ジヒドロキシ化合物の混入部(第1ホッパーの出口)において15m/Sとした。

【0081】また、ニューマチック輸送するための輸送媒体である窒素の酸素濃度は0.8%、露点は-80℃、0.5  $\mu\text{m}$ 以上の異物含有量は3200個/ $\text{m}^3$ であった。

【0082】以上の設備、方法を用いて安息角40°のブリル状のビスフェノールAをトンバッグから第1ホッパーに受け入れ、第2ホッパーへニューマチック輸送した結果、安息角が46°、帯電量が5kボルトの粉体状のビスフェノールAを得た。

〔ポリカーボネートの製造〕 第2ホッパーから芳香族ジヒドロキシ化合物と熔融炭酸ジエステル貯槽から熔融状態の炭酸ジエステルを、それぞれ計量投入し加熱溶解・攪拌混合できるモノマー混合物調整槽と、初期重合槽に原料を連続的に定量供給することのできる原料ポンプと、重合触媒を調製する為の触媒調製槽と、初期重合槽に触媒溶液を定量供給できる触媒ポンプと、初期重合槽で得られたプレポリマーを更に重合させ、所定重合度のポリマーを製造する為の後期重合槽を有する重合装置を用いて、連続的に熔融重縮合反応を実施した。後期重合槽を出た芳香族ポリカーボネートは、ギヤポンプによって2軸ルーダーに供給し、連続的にダイスより押出ストランドとした後、カッターによってペレットにした。

【0083】この設備において初期重合槽は、反応で発生するモノヒドロキシ化合物と原料である炭酸ジエステルを分離する為の逆流撹拌を備えた精留塔を付設した内部に加熱コイルを有するジャケット付き攪拌槽であり、初期重合槽で得られた反応液を後期重合槽に連続的に供給するためのギヤポンプを備えた配管によって後期重合槽に接続されていた。

【0084】後期重合槽は、精留塔は有していない槽型攪拌槽であり、ジャケットが全体に付設されていた。

【0085】熔融重縮合は次の運転条件で実施した。芳香族ジヒドロキシ化合物として上述のようにニューマチック輸送し、第2ホッパーに貯蔵されたビスフェノールAを使用し、炭酸ジエステルとして熔融状態のジフェニルカーボネートを用いた。

【0086】まず、ジフェニルカーボネートとビスフェノールAをモル比でジフェニルカーボネート/ビスフェノールA=1.01となるようにモノマー混合物調整槽に供給し、攪拌混合・溶解した。

【0087】重合触媒としては、ビスフェノールAのジナトリウム塩を用いた。触媒は、触媒調製槽において、触媒濃度が30ppmとなるように、フェノール/水=90/10重量%の混合液に溶解した。

【0088】初期重合槽へ原料を連続供給しつつ、触媒溶液を原料中のビスフェノールA 1モル当たりビスフェノールAのジナトリウム塩が1 $\mu$ 当量となるように供給し、連続熔融重縮合を実施した。

【0089】各重合槽の運転条件は、初期重合槽が、内温250℃、真空度4KPa(30Torr)、後期重合槽が、270℃、真空度67Pa(0.5Torr)であった。

【0090】運転時間は、連続600時間であった。ポリカーボネートのサンプルは、1回/100時間の頻度で後期重合槽出口で採取し、品質評価した。結果を表1に示した。また、第2ホッパーからモノマー混合物調整槽へのビスフェノールAの移送は運転期間を通して安定に操作可能であり、運転終了後の点検においても該移送配管のビスフェノールAの付着は備かであった。

【0091】〔比較例1〕実施例1の装置において、ニューマチック輸送におけるビスフェノールAと窒素の混合比は2であり、窒素の風速は、芳香族ジヒドロキシ化合物の混入部(第1ホッパー出口)において45m/Sとした。

【0092】また、ニューマチック輸送するための輸送媒体である窒素の酸素濃度は5.0%、露点は0℃、0.5  $\mu\text{m}$ 以上の異物含有量は28500個/ $\text{m}^3$ であった。

【0093】以上の方法を用いて実施例1と同じビスフェノールAを第1ホッパーから第2ホッパーへニューマチック輸送した結果、安息角が55°、帯電量が250kボルトの粉体状のビスフェノールAを得た。

【0094】該芳香族ジヒドロキシ化合物を用いた以外は、実施例1と同じ装置、同じ運転条件で600時間の連続運転を実施した。

【0095】ポリカーボネートのサンプルは、1回/100時間の頻度で後期重合槽出口で採取し、品質評価した。結果を表1に示した。

【0096】尚、第2ホッパーからモノマー混合物調整槽へのビスフェノールAの移送は不安定であり間歇的な移送が生じた。また、該移送配管の閉塞も頻発し、毎日

の点検、清掃が不可欠であった。

＊【表1】

【0097】

＊

	分析項目	100hr	200hr	300hr	400hr	500hr	600hr
実施例1	分子量	15200	16100	16100	15200	15100	15200
	OH末端率	18	18	19	17	18	18
	η値	-0.6	-0.6	-0.5	-0.6	-0.6	-0.5
	0.5μm以上の異物(個/g)	1423	1618	1396	1367	1452	1367
比較例1	分子量	16300	16100	15600	15200	15300	15200
	OH末端率	15	18	24	19	22	17
	η値	-0.2	-0.4	-0.1	-0.5	-0.2	-0.3
	0.5μm以上の異物(個/g)	5269	3933	4030	5524	3751	4438

【0098】

【発明の効果】芳香族ジヒドロキン化合物の、配管での輸送における安息角の増加を一定値以下に抑え、帯電量を一定値以下に抑え、輸送媒体である不活性気体の速度※

※と搬送される原料との比を特定の数値範囲内に制御することで移送配管での原料の付着が少なくモルバランス管理が容易となり、品質の優れたポリカーボネートを効率良く製造することが出来る。

フロントページの続き

(72)発明者 佐藤 透

山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式会社  
会社岩国研究センター内

(72)発明者 佐々木 勝間

山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式会社  
会社岩国研究センター内

Fターム(参考) 41029 AA09 AE04 AC01 BB03A

BE04A BE05A BE06A BE09A

BE10A BE11A BE12A BE13A

HC02 HC03 HC04 HC05 JA091

JA121 JA161 JA201 JA301

JB171 JC021 JC091 JF021

JF031 JF041 JF141 JF151

JF161 KA00 KB11 KE02

KE05 LB01